

## Pulp - Cara uji viskositas - Kuprietilendiamin (Viskometer kapiler)





## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi .....	1
4 Pemercontohan .....	1
5 Cara uji .....	1
6 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	6
Lampiran A (informatif) Pembuatan larutan kuprietilendiamin 1 M.....	7
Lampiran B (informatif) Penentuan rapat massa larutan pulp .....	9
Lampiran C (informatif) Penentuan konstanta viskometer.....	10
Bibliografi .....	11





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pulp - Cara uji viskositas - Kuprietilendiamin (Viskometer kapiler)* merupakan revisi dari SNI 14-0936-1989, *Cara uji viskositas pulp dalam kuprietilendiamin (Metode Cannon Fenske)*. SNI ini direvisi untuk keperluan standarisasi cara uji viskositas pulp dalam pelarut yang umum yaitu kuprietilendiamin menggunakan viskometer kapiler. Pengujian dapat dilakukan pada katun yang telah diputihkan atau pulp kayu. Penentuan viskositas pulp berguna untuk menunjukkan degradasi relatif berupa penurunan bobot molekul selulosa, hasil proses pembuatan pulp dan atau proses pemutihan pulp. Standar ini disusun berdasarkan informasi dari literatur, pabrik pulp dan penelitian yang telah dilakukan di Laboratorium Komposisi Kimia Balai Besar Pulp dan Kertas, Bandung.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis Perumus SNI 85 – 01, Teknologi Kertas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Panitia Teknis pada tanggal 14 November 2006 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, Asosiasi Pulp dan Kertas Indonesia dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 10 Juli 2007 s.d 10 September 2007.





## Pendahuluan

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Cara uji viskositas pulp dalam kuprietilendiamin (viskometer kapiler)* merupakan revisi dari SNI 14-0936-1989, *Cara uji viskositas pulp dalam kuprietilendiamin (Metode Cannon Fenske)*.

Dalam cara uji *Cara uji viskositas pulp dalam kuprietilendiamin* yang lama viskometer yang digunakan dibatasi jenis Cannon Fenske sedangkan dalam cara uji viskositas pulp yang baru diperluas yaitu menggunakan viskositas kapiler sesuai dengan standar *Technical Association of the Pulp and Paper Industry* (TAPPI). Begitu pula dengan botol pelarut yang digunakan untuk melarutkan pulp distandarkan menggunakan botol pelarut khusus dan digunakan butiran gelas untuk mempercepat pelarutan.

Selain itu dalam cara menstandarkan larutan kuprietilendiamin, rumus untuk menghitung nilai banding etilendiamin dengan  $\text{Cu}^{2+}$  dilengkapi dan diperjelas, untuk itu perlu dilakukan revisi sesuai standar.









## Pulp - Cara uji viskositas - Kuprietilendiamin (Viskometer kapiler)

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan cara uji viskositas pulp dalam kuprietilendiamin 0,5 M menggunakan viskometer kapiler.

Standar ini tidak berlaku untuk pulp dengan kadar lignin lebih besar dari 4 %.

### 2 Acuan normatif

Untuk acuan tidak bertanggal, sebaiknya digunakan dokumen normatif edisi terakhir.

SNI 1030, *Cara pengambilan contoh pulp*.

SNI 0496, *Cara uji kadar air kayu, pulp, kertas dan karton*.

### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1

##### viskositas

suatu ukuran sifat fluida untuk melawan gaya yang menyebabkan fluida mengalir, dinyatakan dalam milipascal detik (mPa.s), diukur pada suhu tertentu

#### 3.2

##### viskositas pulp

viskositas larutan pulp 0,5 % dalam kuprietilendiamin 0,5 M yang ditentukan dengan cara mengukur waktu alirnya melalui pipa kapiler, diukur pada suhu 25 °C, menunjukkan degradasi relatif berupa penurunan bobot molekul selulosa hasil dari proses pembuatan pulp dan atau proses pemutihan pulp

### 4 Pemercontohan

Pengambilan contoh pulp dilakukan sesuai dengan SNI 1030, *Cara pengambilan contoh pulp*.

### 5 Cara uji

#### 5.1 Prinsip uji

Pada saat suatu cairan mengalir melalui pipa kapiler maka cairan tersebut akan mengalami gaya gesek.

Viskositas cairan, simbol  $\eta$ , didefinisikan oleh persamaan :

$$\eta = \frac{\pi(\Delta p)R^4 t}{8VL}$$

dengan:

$\eta$  adalah viskositas dinyatakan dalam Poise;



$\pi$	adalah angka tetapan 3,14;
$\Delta p$	adalah penurunan tekanan dinyatakan dalam atm;
R	adalah jari-jari pipa kapiler; dinyatakan dalam meter;
V	adalah volume cairan; dinyatakan dalam liter;
L	adalah panjang lintasan,
t	adalah waktu alir.

Untuk dua zat cair dengan tabung kapiler yang sama, viskositas cairan dapat ditentukan dengan membandingkan laju aliran cairan dengan laju aliran standar yang telah diketahui viskositasnya.

$$\eta_{\text{contoh}} = \frac{d_{\text{contoh}} \times t_{\text{contoh}}}{d_{\text{standar}} \times t_{\text{standar}}} \times \eta_{\text{standar}}$$

dengan:

d	adalah rapat massa larutan pulp dinyatakan dalam $\text{Kg/m}^3$
t	adalah waktu alir dinyatakan dalam detik.

## 5.2 Bahan

- Larutan kuprietilendiamin (CED) 1 M siap pakai, atau dapat dibuat dengan cara seperti yang terdapat dalam Lampiran A;
- larutan etilendiamin ( $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ );
- tembaga sulfat pentahidrat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ );
- amonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 25 %;
- larutan natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) 20 %;
- larutan barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ) 10 %;
- kalium Iodida (KI);
- asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 4,0 N;
- asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1,0 N;
- larutan natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 0,1 N;
- amonium tiosianat ( $\text{NH}_4\text{CNS}$ ) 20 %;
- larutan indikator fenolftalin;
- air suling;
- minyak standar untuk penentuan konstanta viskometer.

## 5.3 Peralatan

- Viskometer kapiler (Gambar 1). Ukuran viskometer dipilih sesuai dengan Tabel 1, menurut kisaran viskositas yang diperkirakan, dengan waktu alir antara 100 sampai dengan 800 detik.

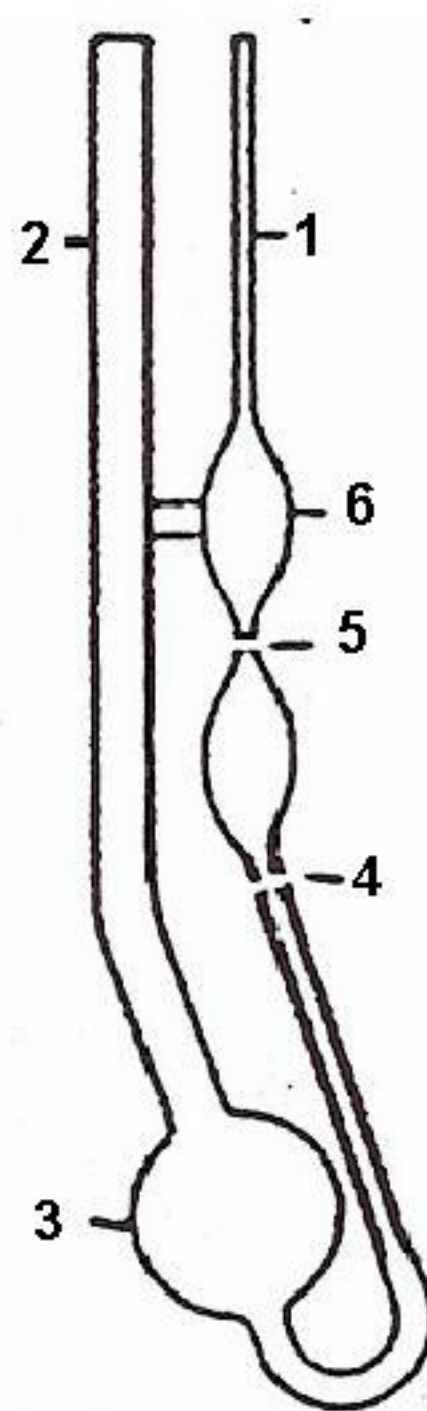
**Tabel 1 Ukuran viskometer kapiler dan kisaran viskositasnya**

No. Ukuran	Kisaran viskositas mPa.s (cP)
50	0.8 – 3.2
100	3 – 11
150	7 – 27
200	19 – 76
300	48 – 190



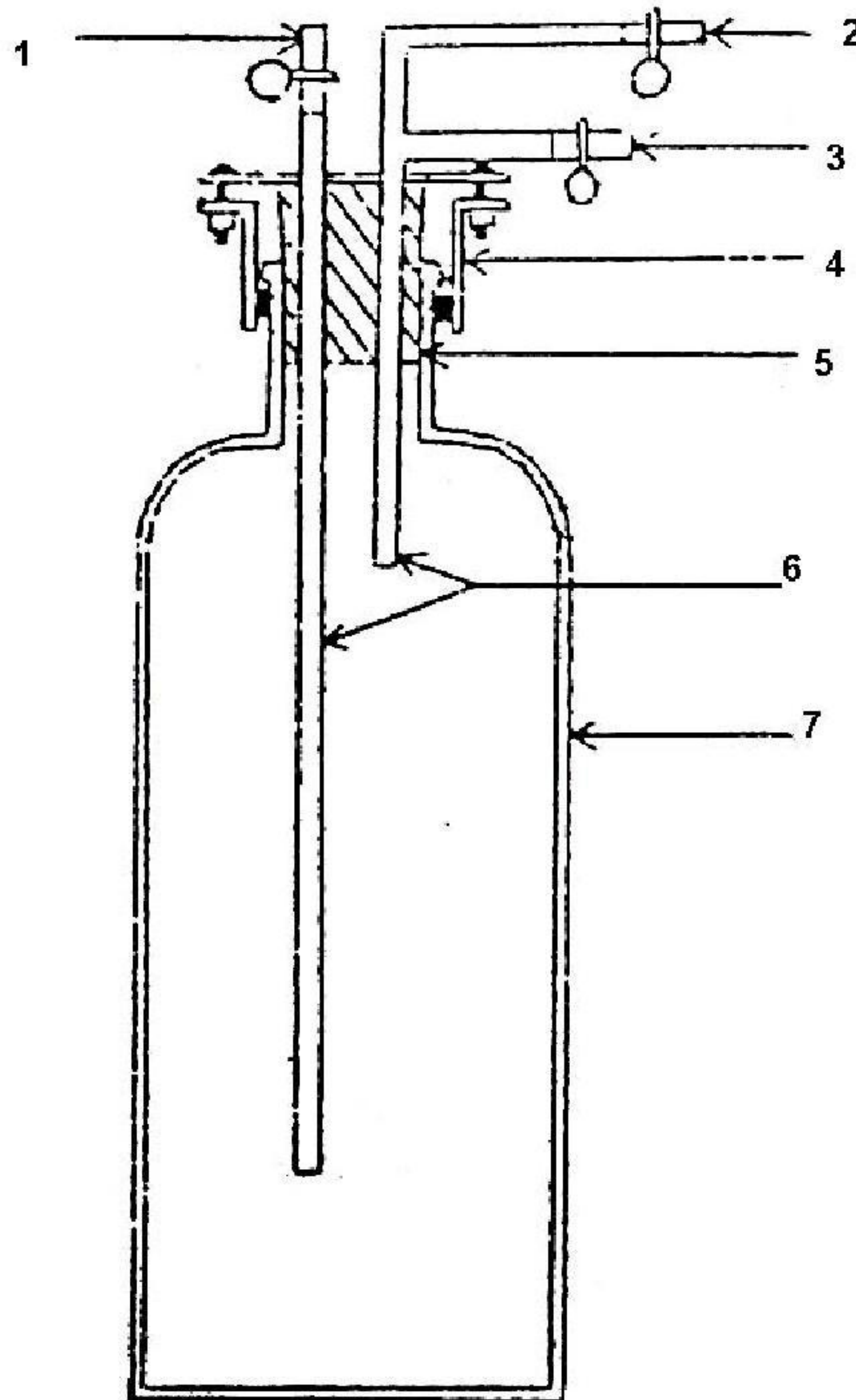
**Keterangan gambar:**

- 1 Kaki pengukur
- 2 Kaki berdiameter besar
- 3 Bola penampung contoh
- 4 Garis batas bawah
- 5 Garis batas atas
- 6 Bola tempat contoh

**Gambar 1 Contoh viskometer kapiler**

- silinder yang berisi gas nitrogen;
- alat pengocok (*shaker*);
- botol pelarut 118 mL, botol obat datar dengan tutup plastik polietilen berulir;
- butiran gelas, diameter 6 mm;
- penangas air ( $25,0 \pm 0,1$ ) °C;
- alat pencatat waktu (*stop watch*), dapat mengukur waktu sampai dengan 0,1 detik;
- pipet seukuran 10,0 mL;
- pipet volume 25,0 mL;
- karet penghisap (*bulb*);
- gelas piala 1000 mL dan 3000 mL;
- gelas ukur 15 mL, 50 mL, 100 mL dan 1000 mL;
- erlenmeyer 500 mL;
- corong kaca berdiameter 40 mm dan 80 mm;
- corong *Buchner* dengan diameter 120 mm;
- corong masir G2 berdiameter 80 mm;
- botol pereaksi 1000 mL yang dilengkapi dengan sumbat karet, pipa gelas dan klem penahan (Gambar 2);
- piknometer 5,0 mL;
- labu takar 250,0 mL;
- buret;
- pH meter.



**Keterangan gambar:**

- 1 Pipa untuk mengalirkan larutan kuprietilendiamin
- 2 Pipa untuk mengalirkan gas nitrogen
- 3 Pipa untuk disambungkan dengan pompa vakum
- 4 Klem penahan
- 5 Sumbat karet
- 6 Pipa gelas
- 7 Botol pereaksi

**Gambar 2 Botol pereaksi tempat menyimpan larutan kuprietilendiamin**

#### 5.4 Persiapan contoh uji

##### 5.4.1 Lembaran pulp kering udara

Cabik dengan tangan menjadi bagian kecil-kecil. Pencabikan dilakukan tanpa menggunakan alat mekanis, karena pemotongan dengan alat mekanis menyebabkan viskositas larutan pulp menjadi lebih rendah.



### 5.4.2 Bubur pulp

Buat lembaran tipis dengan cara menyaringnya memakai corong *Buchner*, keringkan di udara terbuka lalu cabik-cabik menjadi bagian kecil-kecil.

## 5.5 Prosedur

**5.5.1** Tentukan kadar air contoh sesuai dengan SNI 0496, *Cara uji kadar air kayu, pulp, kertas dan karton*. Timbang contoh uji yang setara dengan  $(0,2500 \text{ g} \pm 0,0005 \text{ g})$  contoh kering oven kemudian masukkan ke dalam botol pelarut yang mengandung beberapa butiran gelas. Tambahkan 25,0 mL air suling dengan menggunakan buret/pipet volume ke dalam botol tersebut, tutup dan kocok perlahan untuk mendispersikan pulp dalam air. Diamkan selama 2 menit.

**5.5.2** Pipet 25,0 mL larutan kuprietilendiamin 1 M, kemudian masukkan ke dalam botol pada butir 5.5.1 sehingga konsentrasinya menjadi 0,5 M. Alirkan gas nitrogen kedalamnya selama satu menit. Tutup botol tersebut, lalu kocok dengan menggunakan alat pengocok sampai semua pulp larut.

**CATATAN** Pengocokan biasanya memerlukan waktu selama 15 menit. Untuk pulp yang sukar larut waktu pengocokan dapat diperpanjang sampai dengan 90 menit.

**5.5.3** Pada akhir pengocokan, miringkan botol selama dua menit untuk mengeluarkan gas nitrogen yang terlarut.

### 5.5.4 Pengukuran viskositas

**5.5.4.1** Masukkan larutan pulp ke dalam viskometer dengan cara mencelupkan kaki viskometer nomor 1 ke dalam larutan pulp, kemudian isap larutan tersebut melalui kaki nomor 2 sampai permukaan mencapai garis tanda nomor 4 (lihat Gambar 1). Setelah bagian luarnya dibersihkan, viskometer dibalik pada posisi normal.

**5.5.4.2** Letakkan viskometer dalam penangas air bersuhu  $(25 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1 \text{ }^{\circ}\text{C})$  dan dibiarkan paling sedikit lima menit agar suhu larutan di dalam viskometer mencapai  $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**5.5.4.3** Isap larutan sampai kaki nomor satu, biarkan larutan mengalir turun untuk membasahi permukaan bagian dalam viskometer.

**5.5.4.4** Isap larutan dalam viskometer dari bola 3 sampai bola 6, tentukan waktu alir mulai dari garis batas 5 sampai dengan garis batas 4.

**5.5.4.5** Ulangi pengukuran waktu alir dengan ketelitian 0,2 detik.

**CATATAN** Gunakan ukuran viskometer yang memberikan waktu alir antara 100 sampai dengan 800 detik.

## 5.6 Pernyataan hasil

Viskositas larutan pulp:

$$= \frac{C \times t \times d}{10}$$



dengan:

- $\eta$  adalah viskositas larutan pulp 0,5 % dalam kuprietilendiamin 0,5 M dinyatakan dalam milipascal detik atau centiPoise (mPa.s atau cP);
- C adalah konstanta viskometer;
- t adalah waktu alir dinyatakan dalam detik;
- d adalah rapat massa larutan pulp ( $\pm 1052 \text{ kg/m}^3$ ) pada suhu 25,0 °C.

### **5.7 Laporan hasil uji**

Laporkan viskositas larutan pulp 0,5 % dalam kuprietilendiamin 0,5 M menggunakan metode viskometer kapiler dalam milipascal detik atau centiPoise (mPa.s atau cP) sebagai hasil rata-rata dari minimal dua kali pengukuran.

## **6 Jaminan mutu dan pengendalian mutu**

### **6.1 Jaminan mutu**

- a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni.
- b) Gunakan seluruh peralatan yang bebas kontaminan.
- c) Gunakan alat ukur yang telah dikalibrasi dan atau diverifikasi.
- d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

### **6.2 Pengendalian mutu**

- 6.2.1** Perbedaan hasil pengukuran duplo lebih kecil atau sama dengan 10%.
- 6.2.2** Laporkan jenis viskometer kapiler yang digunakan.



## Lampiran A (informatif)

### Pembuatan larutan kuprietilendiamin 1 M

#### A.1 Pembuatan $\text{Cu}(\text{OH})_2$

- Larutkan 250 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (tembaga sulfat pentahidrat) dalam 2000 mL air suling panas, kemudian dididihkan;
- Tambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  p.a (pekat/25 %) secara perlahan-lahan sambil diaduk kuat sampai larutan bersifat alkali (kira-kira diperlukan 115 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$ );
- Biarkan endapan turun dan kemudian endapan tersebut dicuci secara dekantasi, empat kali dengan air suling panas dan dua kali dengan air suling dingin, masing-masing sebanyak 1000 mL;
- Tambahkan air dingin secukupnya sampai volume menjadi 1500 mL, usahakan agar suhu di bawah  $20^\circ\text{C}$ ;
- Tuangkan 850 mL larutan  $\text{NaOH}$  20 % dingin secara perlahan-lahan sambil terus menerus diaduk;
- Endapan  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  yang terbentuk dicuci dengan air suling secara dekantasi sampai air pencucian tidak memberikan warna bila ditetesi fenolftalin dan tidak timbul endapan sulfat bila ditetesi larutan  $\text{BaCl}_2$  10 %.

#### A.2 Pembuatan larutan kuprietilendiamin

- Pindahkan bubuk  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  yang telah dicuci ke dalam botol pereaksi (Gambar 2) dengan penambahan air sehingga volume seluruhnya menjadi 500 mL;
- Botol ditutup dengan sumbat karet yang dilengkapi dengan 2 pipa gelas. Pipa A adalah pipa lurus sampai 5 cm dari dasar botol dan lainnya adalah pipa pendek dengan dua cabang diluar, satu cabang dihubungkan ke pompa vakum dan cabang lainnya dihubungkan dengan tabung nitrogen;
- Sumbat karet harus diklem dengan baik, untuk menahan tekanan. Udara di dalam botol dihilangkan dengan cara diisap dengan pompa vakum. Alirkan gas nitrogen ke dalam botol dengan tekanan 14 kPa ( 2 psi ) sebanyak 3 kali;
- Siapkan 160 mL etilendiamin 70 % dalam corong kaca di atas pipa A. Masukkan etilendiamin sedikit demi sedikit dengan jalan membuka kran secukupnya, yang membuat botol pereaksi sedikit vakum, karena ada panas yang timbul selama reaksi di atas. Karena itu botol pereaksi harus selalu didinginkan dengan air dingin;
- Setelah penambahan etilendiamin selesai, lakukan pengosongan gas dengan pompa vakum dan pengisian gas nitrogen ke dalam botol berganti-ganti sebanyak 3 kali. Gunakan tekanan 14 kPa pada waktu pengisian nitrogen;
- Kocok botol tersebut beberapa kali selama 1 jam, lalu biarkan selama 12 jam sampai 16 jam. Biasanya akan diperoleh larutan yang jernih. Bila perlu larutan tersebut dapat disaring melalui corong *Buchner* dengan pengisapan, kemudian disimpan di bawah gas nitrogen.

#### A.3 Cara menstandarkan larutan kuprietilendiamin

- Ion cupri ( $\text{Cu}^{2+}$ )  
Ambil 25 mL larutan dengan menggunakan pipet dan encerkan sampai 250 mL dalam labu takar. Pipet 25 mL larutan encer ini dan tambahkan  $\pm 3$  g KI, lalu diasamkan dengan 50 mL larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4 N. Titrasi dengan larutan tiosulfat 0,1 N sampai titik akhir titrasi. Penambahan 10 mL larutan amonium tiosianat ( $\text{NH}_4\text{CNS}$ ) 20 % sebelum titik akhir



titrasi dapat memperjelas titik akhir. Volume tiosulfat yang diperlukan dikalikan 0,04 menunjukkan molaritas ion  $\text{Cu}^{2+}$  dalam larutan (y).

b) Etilendiamin

Ambil 25 mL larutan yang sudah diencerkan dengan menggunakan pipet, tambahkan 75 mL air suling. Titrasi dengan larutan asam sulfat 1,0 N sampai pH 3. Volume larutan asam sulfat 1,0 N yang diperlukan dikalikan 0,2 – y (dari butir A.3.a) menunjukkan molaritas etilendiamin (x).

c) Perhitungan nilai banding etilendiamin dengan  $\text{Cu}^{2+}$

$$R = \frac{x}{y}$$

dengan pengertian:

x adalah mol etilendiamin per 1000 mL larutan (dari butir A.3.b);

y adalah mol ion kupri ( $\text{Cu}^{2+}$ ) per 1000 mL larutan (dari butir A.3.a);

R adalah nilai banding etilendiamin dengan ion kupri ( $\text{Cu}^{2+}$ ).

x dan y dapat juga dihitung dengan rumus berikut:

$$x = \frac{N_1 a - 2x N_2 x b}{\left( \frac{2x V_1 x V_3}{V_2} \right)} \quad y = \frac{N_2 x b}{\left( \frac{V_1 x V_3}{V_2} \right)}$$

dengan pengertian:

$N_1$  adalah normalitas larutan asam sulfat;

$N_2$  adalah normalitas larutan natrium tiosulfat;

A adalah volume larutan asam sulfat yang ditambahkan pada saat titrasi, dinyatakan dalam mililiter (mL);

b adalah volume larutan natrium tiosulfat yang ditambahkan pada saat titrasi, dinyatakan dalam mililiter (mL);

$V_1$  adalah volume larutan kuprietilendiamin yang digunakan sebelum pengenceran, dinyatakan dalam mililiter (mL);

$V_2$  adalah volume larutan kuprietilendiamin setelah pengenceran, dinyatakan dalam mililiter (mL);

$V_3$  adalah volume larutan kuprietilendiamin yang digunakan untuk titrasi, dinyatakan dalam mililiter (mL).

d) kuprietilendiamin dipersiapkan secara teliti seperti petunjuk di atas, maka nilai banding etilendiamin dengan ion  $\text{Cu}^{2+}$  terletak antara 1,85 : 1 dengan 2,00 : 1. Bilai nilai banding lebih dari 2,00 : 1, maka tambahkan  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  dan ulangi pengadukan kemudian lakukan standarisasi larutan seperti di atas.

e) Larutan kuprietilendiamin akan stabil selama beberapa bulan jika disimpan dalam botol dan dialiri nitrogen. Biasanya setelah penyimpanan selama beberapa waktu akan terjadi sedikit endapan  $\text{CuO}$ . Pengaruh ini dapat diabaikan, bila R masih berada dalam batas 1,85 – 2,00.



## Lampiran B (informatif)

### Penentuan rapat massa larutan pulp

**B.1** Keringkan piknometer kosong dalam oven (105 °C) dan timbang sampai beratnya konstan.

**B.2** Masukkan air suling yang bersuhu 25 °C ke dalam piknometer sampai penuh dan tutup piknometer sehingga air mengisi kapiler dalam tutup tersebut. Bersihkan air pada dinding luar piknometer.

**B.3** Timbang piknometer yang berisi air suling tersebut di atas.

**B.4** Buang air suling tersebut dan bilas piknometer tiga kali dengan larutan pulp yang akan diukur rapat massanya.

**B.5** Lakukan pengerjaan butir B.2 sampai dengan B.3, kemudian timbang piknometer yang berisi larutan pulp tersebut.

**B.6** Perhitungan nilai rapat massa larutan pulp

$$d_2 = \frac{m_1 - m_0}{m_2 - m_0} \times d_1$$

dengan pengertian:

$d_2$  adalah rapat massa larutan pulp pada suhu 25 °C, dinyatakan dalam kg/m<sup>3</sup>;

$d_1$  adalah rapat massa air pada suhu 25 °C, dinyatakan dalam 997,1 kg/m<sup>3</sup>;

$m_0$  adalah berat kering piknometer kosong, dinyatakan dalam gram;

$m_1$  adalah berat piknometer berisi air, dinyatakan dalam gram;

$m_2$  adalah berat piknometer berisi larutan pulp, dinyatakan dalam gram.

**CATATAN** Air suling dan larutan pulp dalam piknometer yang akan diukur rapat massanya harus ditaruh dalam penangas air pada suhu diukur sampai dengan 25 °C.



## Lampiran C (informatif)

### Penentuan konstanta viskometer

**C.1** Konstanta viskometer C, ditentukan dengan menggunakan minyak standar atau cairan standar yang viskositasnya diketahui pada suhu  $(25,0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C})$  dan diperkirakan nilainya dekat dengan viskositas larutan yang akan diukur.

**C.2** Catat waktu alir cairan standar tersebut melalui pipa kapiler (pengerjaan dilakukan sesuai dengan butir 5.5.4).

**C.3** Perhitungan nilai konstanta viskometer:

$$C = \frac{10^3}{t \times d}$$

dengan pengertian:

- C adalah konstanta viskometer;
- $\eta$  adalah viskositas larutan pulp 0,5 % dalam kuprietilendiamin 0,5 M dinyatakan dalam milipascal detik atau centiPoise (mPa.s atau cP);
- t adalah waktu alir, dinyatakan dalam detik;
- d adalah rapat massa cairan standar pada suhu  $25,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ , dinyatakan dalam  $\text{kg/m}^3$ .



## Bibliografi

Casey, T. P. : *Pulp and Paper Chemistry and Chemical Technology*. Vol. 1, 3<sup>rd</sup> Ed. John Wiley & Sons, New York, 1980

Kocurek, M. J. : *Pulp and Paper Manufactur*. Vol. 5, *Joint Texbook Committee of Paper Industry*, Atlanta, 1988

Rydholm, S. A. : *Pulping Processes*. 2nd Ed. John Wiley and Sons, New York, 1976

TAPPI (Technical Association of the Pulp and Paper Industry) 230 om-94: *Viscosity of pulp (capillary viscometer method)*, TAPPI-1994.















**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)